

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 05-098264

(43)Date of publication of application : 20.04.1993

(51)Int.Cl.	C10C 5/00
	A23L 3/00

(21)Application number : 03-290569	(71)Applicant : SANIN NETSUKARITSUCHI:KK MIYAZAKIMIDORI SEIYAKU KK
------------------------------------	---

(22)Date of filing : 09.10.1991	(72)Inventor : SHIRANE MASASHI
---------------------------------	--------------------------------

(54) WOOD VINEGAR POWDER AND PREPARATION THEREOF

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain a wood vinegar powder by reacting pyrolignous acid with calcium oxide.

CONSTITUTION: The calcium oxide to be used may preferably be one formed by firing eggshell.

For example, well water-washed white eggshell is dried at about 105°C for 24hr, pulverized and separated through a 150-200 mesh screen. The screen-through eggshell is heated at 700-1,300°C for about 3hr under ventilation (e.g. 80cm²/min) in a horizontal tubular electric furnace. The calcium oxide thus obtained and a nearly equivalent amount of pyrolignous acid are charged in a reactor vessel, where they are stirred and mixed at room temperature. After several to over ten minutes, they rapidly enter an exothermic reaction and turn into an almost dry fine powder (10µm or less) in further several to tens of minutes. The wood vinegar powder has disinfectant, bactericidal, deodorant and other effects.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]	24.07.1998
-----------------------------------	------------

[Date of sending the examiner's decision of rejection]	
--	--

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]	
---	--

[Date of final disposal for application]	
--	--

[Patent number]	3084536
-----------------	---------

[Date of registration]	07.07.2000
------------------------	------------

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]	
---	--

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]	
--	--

[Date of extinction of right]	07.07.2003
-------------------------------	------------

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

THIS PAGE BLANK (USPTO)

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平5-98264

(43)公開日 平成 5 年(1993) 4 月20日

(51)Int.Cl. ³	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 1 0 C 5/00		6958-4H		
A 2 3 L 3/00		2114-4B		

審査請求 未請求 請求項の数 4 (全 8 頁)

(21)出願番号 特願平3-290569

(22)出願日 平成 3 年(1991)10月 9 日

(71)出願人 391049105

有限会社山陰ネツカリツチ

島根県松江市西持田町1071

(71)出願人 391039520

宮崎みどり製薬株式会社

宮崎県宮崎市大字赤江字飛江田945番地

(72)発明者 白根 正志

島根県松江市西持田町1071

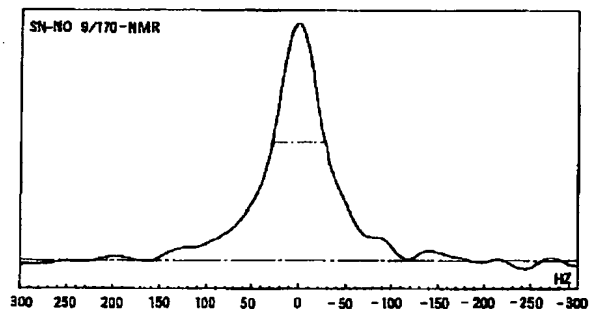
(74)代理人 弁理士 鈴木 正次

(54)【発明の名称】 木酢粉末及びその製造方法

(57)【要約】 (修正有)

【構成】 木酢液と酸化カルシウムとを反応させて得た木酢粉末。木酢液と、酸化カルシウムとを反応槽に投入して攪拌しつゝ、反応させた木酢粉末の製造方法

【効果】 この発明の木酢粉末は、殺菌、消毒、細胞賦活などに卓効がある。この発明の木酢粉末の製造法によれば、特別の設備を用いることなく、木酢粉末を多量生産することができる。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 木酢液と酸化カルシウムとを反応させて得たことを特徴とする木酢粉末

【請求項2】 酸化カルシウムは卵殻又は貝殻を焼成して得た請求項1記載の木酢粉末

【請求項3】 木酢液と酸化カルシウムとを反応槽に投入して反応させ、粉末とすることを特徴とした木酢粉末の製造方法

【請求項4】 木酢液と酸化カルシウムとは、ほぼ等量反応槽に投入して、常温で攪拌混合することを特徴とした請求項3記載の木酢粉末の製造方法

*【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】この発明は、木酢液を粉末化することを目的とした木酢粉末及びその製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】従来木材を乾留して得られる木酢液は、多数の有効成分を含んでいることが知られており、これを液のまま、又は適当な吸着剤に吸着させた後、或いは抽出後表1に示す各種用途に使用している。

【0003】

*【表1】

表1 木酢液の用途

種 類	用 途
木 酢 液	土壌消毒、病虫害の駆除、防腐剤、堆肥、脱臭、凝固剤、染色助剤、塗料
木酢液の抽出物及び精製物	医薬、農薬、脱臭剤、食品加工（燻製液）・添加剤、飼料添加剤、香料、工業化学原料・中間物質

前記木酢酸の成分は表2の通りとされている。

【表2】

【0004】

表2

木酢液の成分

種 類	成 分 (化合物及び化合物群)
有 機 酸	ギ酸、酢酸、プロピオン酸、2-メチルプロピオン酸、酪酸、3-メチルブタン酸、吉草酸 (バレリアン酸; ペンタン酸)、クロトン酸、チグリン酸、4-メチルペンタン酸、ヘプタン酸 (エナント酸)、4-オキソペンタン酸 (レブリン酸)、安息香酸
フェノール	石炭酸 (フェノール)、クレゾール (オルト、メタ、パラ)、2, 4-ジメチルフェノール、3, 5-ジメチルフェノール、4-エチルフェノール、4-プロピルフェノール、2-メトキシフェノール (グアヤコール)、4-メチルグアヤコール (クレオゾール)、4-アルキルグアヤコール (エチル、イソプロピル)、2, 6-ジメトキシフェノール (ピロガロール-1, 3-ジメチルエーテル)、4-アルキル-2, 6-ジメトキシフェノール (メチル、エチル、プロピル)、2-ヒドロキシフェノール (カテコール)、4-アルキル-2-ヒドロキシフェノール (メチル、エチル、プロピル)

【0005】

【発明により解決すべき課題】前記従来の木酢液は、各種有効成分を含むにも拘らず、液体としてのみ与えられている為に、液体のまま用いる他、例えば粉炭などの吸着剤に吸着させて使用する場合のみに限られていたもので、液体の場合には取扱い上も壺又は缶に収容しなければならない問題点があった。然して通常要領により脱水 (例えば加熱又は減圧) して粉末化するのは可能であるが、加工時に有効成分も消失する問題点があった。

【0006】木酢液から固形物を得る方法としては、木酢液を石灰で中和して蒸留してメチルアルコール及びアセトンその他の揮発分を留出させ、残留した酢酸のカルシウム塩を強酸で処理して酢酸を遊離させて氷酢酸を得る方法が知られていた。然し乍ら、前記蒸留処理により有効成分は殆んど消失することになっていた。

【0007】

【課題を解決する為の手段】然るにこの発明は、木酢液に酸化カルシウムを添加して反応させ、粉末化することにより前記従来の問題点を解決したのである。

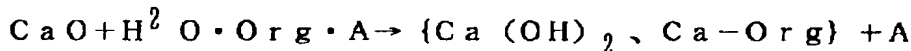
【0008】即ちこの発明は木酢液と酸化カルシウムとを反応させて得たことを特徴とする木酢粉末である。また酸化カルシウムは卵殻、貝殻又は獣骨を焼成して得た

ものである。この発明の製造法は木酢液と酸化カルシウムとを反応槽に投入して反応させ、粉末とすることを特徴とした木酢粉末の製造方法である。また木酢液と酸化カルシウムとは、ほぼ等量反応槽に投入して、常温で攪拌混合することを中心としたものである。前記における攪拌は必ずしも必須要件ではない。攪拌しなくても反応する。前記において、木酢液に酸化カルシウムを添加すると、数分～十数分後に急速に発熱反応を開始し、数分～数十分後にはほぼさらさらとした微粉末 (10 μ 以下) となる。従って乾燥及び粉碎手段などを用いることなく、そのまま粉末製品となるので、単に自然冷却後、計量・包装などの工程を経れば、商品とすることができる。

【0009】前記における酸化カルシウムは、卵殻を焼成処理したものが最も好ましく、反応も早くなり、木酢液の有効成分も損なわれることなく、保有される。前記卵殻の処理は、例えばよく水洗した白色卵殻を105℃で24時間乾燥し、これを微粉碎して、150～200メッシュのものを分別する。この分別物を例えば横型管状電気炉で、通風雰囲気下 (80cm³/min) において、700℃～1300℃で3時間焼成処理して得た (好ましい焼成温度は1250℃である。)。尤も前記

処理法に限定されるものでなく、従来の卵殻処理による酸化カルシウム製造方法を採用することができる。また人体、動物又は植物に用いれば木酢液本来の薬効に加えカルシウムの補給になるのみならず、相乗作用によって、木酢液の効力を更に向上させることが認められた。木酢酸が効力を発揮するメカニズムは明かでないが、少なくとも木酢液中に含まれる諸成分による薬効で細胞を賦活し、これによりカルシウムの吸収効率を向上させ、カルシウムを十分吸収することにより細胞の賦活を更に向上させて、有効成分の吸収を良くするなどの循環効用の強化は否定することができない。尤も貝殻その他の焼成物よりなる酸化カルシウムであっても、目的を達成することができる。

【0010】また木酢液は、液体なるが故に包装として壺、缶等の使用を必須要件としているが、粉末になれば、壺・缶等を使用し得ることは勿論、紙袋へ少量宛の分包ができると共に、混合使用上の取扱いも容易であり、かつ他物（例えば粉粒状物）に混合する際にも、他物に悪影響を生じるおそれが少ない特質がある。また過って散乱させた場合にも容易に収集できるが、木酢液の場合には、一旦漏出した液はもとへもどすことができない。また、前記により製造した微粉末に適量の賦形材を*



(卵殻処理物) (木酢液)

(固体粉末)

(有機成分)

前記反応による生成物の重量は、酸化カルシウム(CaO)の重量と木酢液の重量の和はほぼ80%であった。然して分析結果によれば、有効成分は反応前後において一致しているので、前記重量減は水分の蒸発によるものと認められた。換言すれば、濃縮の一種とも考えられる。

【0016】

【実施例2】2000mlの木酢液と、2000gのかき殻カルシウム(かき殻を焼成処理して得た酸化カルシウム)を反応槽に入れて適宜攪拌すれば、5分～15分で反応を開始し、ほぼ15分以内に反応を完了した。これを30分～1時間自然放冷した所、室温の白色微粉末(この発明の木酢粉末10μ以下の粉体)約3200gを得た。

【0017】

【試験例1】この発明の木酢酸粉末(以下CaVという)の制菌効果を試験した所、次の結果を得た。

(目的) ラーメン・焼そばの製造工程においてCaVを添加し、CaVの制菌作用の効果を保存試験によりみた。

(試験期間) 平成3年5月30日(木)～平成3年9月20日(金)

(試験条件) ラーメンの保存試験においては、CaVの添加量を0%、0.3%、0.5%、0.7%、1.

* 添加し、これを1mm～5mm程度に造粉すれば、飼料などと混合し易くなる。

【0011】この発明の木酢粉末は、消毒、殺菌、脱臭その他の効用があり、他物との混合、分包、添加などが自由に行える。またこの発明の製造法は、簡単確実であり、製品の後処理が殆んど不必要となる特質がある。

【0012】

【実施例1】2000mlの木酢液と、2000gの卵カルシウム(卵殻を焼成処理して得た酸化カルシウム)を反応槽に入れて適宜攪拌すれば3分～10分で反応を開始し、ほぼ10分以内で反応を完了した。これを室温冷却し、30分～1時間で室温の白色微粉末(発明の木酢粉末10μ以下の粉体)約3200gを得た。

【0013】前記における攪拌には、特別の条件はないが、縦杆体を回転する方式では、1分間60回転し、ほぼ10分で十分である。前記この発明の粉末を鶏の飼料に0.1%混入して観察した所、卵の張り及び艶が改善された。

【0014】前記卵殻を焼成処理して得た酸化カルシウムと木酢液との反応は化1の通りである。

【0015】

【化1】

0%と区別し、保存期間の違いをみる。焼そばにおいては貝殻焼成カルシウムとCaVをそれぞれ添加し保存期間の違いをみた。それ以外の条件は各試験ごと同一条件とする。

(試験場所) 有限会社高橋製粉製麺所(島根県加茂町)

(試験結果) 表3と表4の通り。

(考察) ラーメン保存試験についてみると、CaV0%添加物では3日目に腐敗がおきている。0.3%添加物で6日目に腐敗、0.5%添加物で9日目、0.7%添加物で10日目、1.0%添加物で14日目の腐敗である。添加量が多くなるにしたがって腐敗までの日数が長くなっている。また、初発時と4日目の一般生菌数を比較してみると添加量の多いものほど一般生菌数の繁殖が少なく、これらからCaVには制菌作用があることが認められた。

【0018】また、焼そばでの保存試験についてみると貝殻焼成カルシウム0.7%添加物では5日目、6日目に腐敗がおこっている。また、初発時の一般生菌数もかなり多い。CaV0.5%添加物は初発時の一般生菌数も少なく腐敗も9日目と貝殻焼成カルシウムと比べてもかなり長く保存できた。つまり、CaVはこの貝殻焼成カルシウムよりも制菌作用が強いことがわかる。結局これはCaVが卵殻焼成カルシウムと木酢の反応物である

のでカルシウムの持つ制菌作用と木酢液の成分にある制菌作用の相乗効果により通常使用される貝殻焼成カルシウムよりも保存効果（制菌作用）があることが理解でき*

表3 ラーメン保存試験

CaVの 添加量	かんすい	食塩	加水	初発	2日	3日	4日	5日	6日	7日	8日	9日	10日	11日	12日	13日	14日
0%	ポ－メ 6度	2%	33%	1.4×10^4 (9.11)	—	±	+										+
0.3%	"	"	"	7.8×10^2 (10.23)	—	—	2.9×10^4 (9.63)	—	±	+							
0.5%	"	"	"	2.0×10^2 (10.43)	—	—	7.9×10^2 (10.01)	—	—	—	—	+					
0.7%	"	"	"	1.1×10^2 (10.61)	—	—	2.1×10^2 (10.19)	—	—	—	—	—	±	+			
1.0%	"	"	"	$< 10^2$ (10.85)	—	—	$< 10^2$ (10.33)	—	—	—	—	—	—	—	—	—	+

・ () 内はPH

・ 初発または4日の数量については一般生菌数

・ ±、+の時から腐敗

【0020】

【表4】

表4 焼そば保存試験

目視焼成 Ca	初 発	2日	3日	4日	5日	6日	7日	8日	9日	10日	11日	12日	13日	14日
0.7%	1.7×10^5 (8.46)	-	-	-	-	+								
0.7%	8.8×10^4 (8.34)	-	-	-	+									
CaV	初 発	2日	3日	4日	5日	6日	7日	8日	9日	10日	11日	12日	13日	14日
0.5%	1.0×10^2 (9.95)	-	-	-	-	-	-	-	+					

・()内はPH
・+の時からかび・腐敗

【0021】

〔試験例2〕この発明の木酢酸粉末（以下CaVという）の鶏卵に及ぼす影響を試験した所、下記の結果を得た。

（目 的） CaV液（1000倍液）を作りその液を飲水に添加し、CaVに含まれるミネラルや有機酸によって総合的に鶏の生理活性を促し、結果として卵質の向上・高産卵率の維持などの経済的効果をあげることを目的とする。

（試験期間） 平成2年10月13日（土）～平成3年6月19日（水）

（試験条件） 鶏種・鶏群・羽数・飼料内容などの諸条

件をすべて同一にして、飲水のみCaV液を添加した区間（試験区）と、無添加区間（対照区）に区別した。

（種鶏名） G-360-6

（試験羽数） 合計5312羽（試験区2656羽）

（対照区2656羽）

（日 令） 410日令（6月19日現在）

（試験開始日令） 263日令（6月19日現在）

（試験場所） 旭養鶏舎（島根県）

前記試験により表5、表6の結果を得た。

【0022】

【表5】

表5

有意性

	試験区	対照区	
卵殻強度	3.77 kg/cm ²	3.23 kg/cm ²	5%有意差あり
卵殻厚	0.364 mm	0.347 mm	有意差なし
卵殻膜	0.019 mm	0.019 mm	有意差なし
H・U (卵白高)	78.1	74.2	1%有意差あり
C・F (卵黄色)	11.30	10.85	5%有意差あり

(統計処理より)

【0023】

* * 【表6】

表6

Ca V添加試験開始から平成3年6月13日現在での累計での比較

	試験区	対照区	差
産卵個数	564, 948コ	563, 506コ	1, 442コ
産卵重量	34, 404.6 kg	34, 220.4 kg	184.2 kg

*試験区と対照区では、試験区の方が個数で1, 442個、重量で184.2 kg

の産卵量の増加がみられる。

(考 察) この試験はCa V液を添加することにより、飲水をアルカリイオン水(各種のミネラル・有機酸を含有NMR値82.7 Hz)に変化させ、そのアルカリイオン水による総合的な生理活性化の効果を目的としているが、試験結果よりこの効果が証明できる。

【0024】表5より卵殻強度は0.54 kg/cm² (17%UP)、HU (卵白高)は3.9 (5%UP)、CF (卵黄色)は0.45 (4%UP)の差がみられる。卵殻強度についてはCa V液に含まれるカルシウムイオンが働いている。即ち、卵殻厚、卵殻膜厚には差がなく卵殻強度に差があるということは試験区の方が卵殻を形成しているカルシウム粒子の配列が高密度であるといえる。これは若い鶏の卵殻により近いといえる。HU (卵白高)についても一般に若い鶏ほど高い数値を示すので試験区の方が対照区より生理的に若い鶏に近い健康体であるといえる。これは卵白を形成している1つ1つの細胞がより高密度に、また各細胞間の結びつきが強いため卵白がより盛り上がっている。CF (卵黄色)については卵黄色の素になるカロチンの消化・吸収が良いためである。これは鶏がアルカリイオン水を飲むことにより鶏体の生理が賦活促進されたためである。また、現代科学の最新機器のNMR (核磁気共鳴)装置で水分子のレベル

を測定することにより、より吸収の良い状況であることが理解できる。試験区のNMR値82.7 Hz、対照区のNMR値142.7 Hzである。このNMR値は数値が小さいほど水分子の集団が小さくそれぞれの細胞に吸収されやすい水であることがわかっている。したがって、Ca Vを添加したことにより試験区の水は対照区よりも小さな水分子の集団になり、カロチンが吸収されやすい状態を作っていることがわかる。これはカロチンに限らずいろいろな栄養素についていえることである。

【0025】以上のことから、Ca Vを添加することにより試験区は対照区に比べミネラルや有機酸(酢酸・ピロピオン酸etc)が豊富に含まれる水になり、このミネラル・有機酸の影響で鶏体が酸性体質に傾斜しやすい状態にあるのをアルカリ化へ促し、また濃厚飼料多給の弊害を防止し、鶏体の生理が賦活促進されているのが証明できた。

【0026】

【試験例3】木酢液(木酢粉末の溶解物)を水道水に添加した所、添加量に応じPH及び線幅が変化し、表7の結果を得た。

【0027】

【表7】

表7

水の ^{17}O -NMR (20°C)

No. 1	コントロール 松江市水道水	PH7. 2	137. 3Hz
No. 2	木酢液 0.1% 松江市水道水に対し	PH5. 4	56. 4Hz
No. 3	木酢液 0.2% 松江市水道水に対し	PH4. 6	52. 5Hz

前記によれば、0.1%水(水道水1000ccに木酢液1cc添加)でPH5.4、線幅56.4Hz、0.2%水でPH4.6、線幅52.5Hzであった。

【0028】前記線幅は図1、図2の通りである。

【0029】

【発明の効果】この発明の木酢粉末は、細胞の賦活において卓効があり、他物と混合使用する場合においても、安定性が高く、吸湿等の防止に留意すれば、変質するおそれが少ない。

*

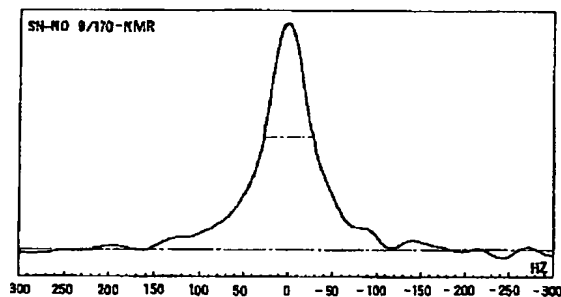
10*【0030】この発明の製造方法によれば、比較的簡単な装置を用い、単に木酢液と酸化カルシウムとを混合するのみで容易に均質の木酢粉末を多量生産し得るなどの諸効果がある。

【図面の簡単な説明】

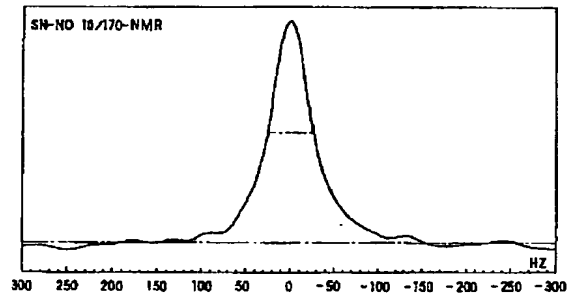
【図1】この発明に用いる木酢液0.1%水における水の線幅を示すグラフ。

【図2】同じく0.2%水における水の線幅を示すグラフ。

【図1】



【図2】



【手続補正書】

【提出日】平成4年2月3日

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0014

【補正方法】変更

【補正内容】

【0014】前記卵殻を焼成処理して得た酸化カルシウムと木酢液との反応は化1の通りである。